# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

08-057311

(43) Date of publication of application: 05.03.1996

(51)Int.CI.

B01J 20/26 A61F 13/46 A61L 15/60 B01J 20/24 B01J 20/28

(21)Application number: 07-145012

(71)Applicant: NIPPON SHOKUBAI CO LTD

(22)Date of filing:

12.06.1995

(72)Inventor: WADA KATSUYUKI

NAGASUNA KINYA FUJINO SHINICHI MASUDA YOSHIHIKO

(30)Priority

Priority number: 06130385

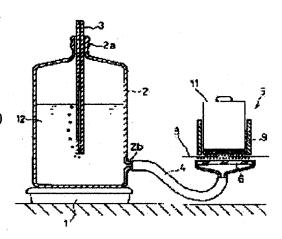
Priority date: 13.06.1994

Priority country: JP

# (54) ABSORBING MATERIAL AND ABSORBING ARTICLE CONTAINING THE SAME

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the absorbing material in which high liquid dispersibility and high water absorption can always be maintained even when the concn. of a waterabsorbing resin is enhanced by specifying the diffusive absorption multiplying factors and weight of the waterabsorbing resin contained in the absorbing material. CONSTITUTION: This absorbing material contains ≥ 40wt.% of a water-absorbing resin having  $\geq 15g/g$  and  $\geq$ 25g/g of diffusive absorption multiplying factors after 30 and 60min from the beginning of water absorption respectively. The diffusive absorption multiplying factor of the absorbing material after 30 or 60min from the beginning of absorption is determined by measuring the weight(W3(g)) of a physiological salt water 12 absorbed with the absorbing material during 30 or 60min from the point of time when the absorbing material is placed on the sheet 8, by using a balance 1 and then calculating the diffusive absorption multiplying factor (g/g) of the absorbing material following to the formula, diffusive



absorption multiplying factor of absorbing material (g/g)—weightW3(g)/weight(g) of absorbing material. The objective absorbing material also contains hydrophilic fiber, and the amount of the water—absorbing resin to the total amount of the hydrophilic fiber and the water—absorbing resin is  $\geq 50$ wt.%

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

26.12.1996

### (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

## (11)特許出願公開番号

# 特開平8-57311

(43)公開日 平成8年(1996)3月5日

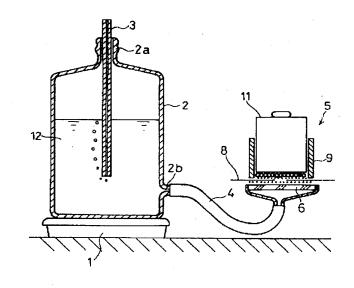
(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号 庁内整理器	号 FI	技術表示箇所
B 0 1 J 20/26	D		
A 6 1 F 13/46			
A 6 1 L 15/60			
		A 4 1 B	13/ 02 D
		A61F	13/ 18 3 0 7 A
	**************************************	的 表情求 詩水	項の数7 OL (全 14 頁) 最終頁に続く
(21)出願番号 特願平7-145012		(71)出願人	000004628
		:	株式会社日本触媒
(22)出顧日	平成7年(1995)6月12日		大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号
		(72)発明者	和田 克之
(31)優先権主張番号 特願平6-130385			兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
(32)優先日	平6 (1994) 6月13日	-	1 株式会社日本触媒高分子研究所内
(33)優先権主張国	日本 (JP)	(72)発明者	長砂 欣也
			兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
			1 株式会社日本触媒高分子研究所内
		(72)発明者	藤野 唯一

## (54) 【発明の名称】 吸収体および吸収性物品

#### (57)【要約】

【構成】 吸収体は、吸収開始から60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上である吸水性樹脂を40重量%以上含む。上記の吸水性樹脂は、或る特定の吸水性樹脂前駆体を合成し、この吸水性樹脂前駆体を特定の表面架橋剤の存在下に加熱処理する、という製造方法により得られる。上記の拡散吸収倍率は、図1に示す測定装置を用いて測定される。吸収性物品は、上記の吸収体を含む吸収層を、透液性を有するシートとで挟持してなる。

【効果】 吸水性樹脂の使用量が多い場合や、吸収体における樹脂濃度が高い場合においても、非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能(吸水特性)を示す吸収体および吸収性物品を提供することができる。



(74)代理人 弁理士 原 謙三

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の 1 株式会社日本触媒高分子研究所内

最終頁に続く

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】吸収開始から60分後の拡散吸収倍率が25 g /g以上である吸水性樹脂を40重量%以上含むことを特徴 とする吸収体。

【請求項2】上記吸水性樹脂の吸収開始から30分後の拡 散吸収倍率が15 g/g以上であることを特徴とする請求項 1記載の吸収体。

【請求項3】親水性繊維を含み、吸水性樹脂と該親水性 繊維との合計量に対する吸水性樹脂の量が50重量%以上 であることを特徴とする請求項1または2記載の吸収 体。

【請求項4】上記請求項1ないし3の何れか1項に記載 の吸収体を含む吸収層を、透液性を有するシートと、不 透液性を有するシートとで挟持してなることを特徴とす る吸収性物品。

【請求項5】吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15 g /g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以 上であることを特徴とする吸水性樹脂。

【請求項6】吸収開始から20分後の拡散吸収倍率が15 g /g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が30 g/g以 上であることを特徴とする吸水性樹脂。

【請求項7】平均粒径が 200μm~600 μmの範囲内 で、粒径が 106μm未満の粒子の割合が10重量%以下 の、カルボキシル基を有する吸水性樹脂前駆体を、該カ ルボキシル基と反応可能な、溶解度パラメータが12.5(c al/cm³)¹¹²以上の第一表面架橋剤、および、溶解度パラ メータが12.5(cal/cm³)'/\*未満の第二表面架橋剤の存在 下、 160℃以上で加熱処理することを特徴とする吸水性 樹脂の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、例えば、紙オムツ(使 い捨てオムツ)や生理用ナプキン、いわゆる失禁パット 等の衛生材料に好適に用いられる吸収体、および、吸収 性物品に関するものである。

[0002]

【従来の技術】近年、紙オムツや生理用ナプキン、いわ ゆる失禁パット等の衛生材料には、その構成材として、 体液を吸収させることを目的とする吸水性樹脂が幅広く 利用されている。

【0003】上記の吸水性樹脂としては、例えば、ポリ アクリル酸部分中和物架橋体(特開昭55-84304号公報、 特開昭 55-108407号公報、特開昭 55-133413号公報)、 澱粉-アクリロニトリルグラフト重合体の加水分解物

(特開昭46-43995号公報)、澱粉-アクリル酸グラフト 重合体の中和物(特開昭 51-125468号公報)、酢酸ビニ ルーアクリル酸エステル共重合体のケン化物 (特開昭52 -14689号公報)、アクリロニトリル共重合体若しくはア クリルアミド共重合体の加水分解物 (特開昭53-15959号 橋体(特開昭 58-154709号公報、特開昭 58-154710号公 報) 等が知られている。

【0004】上記の吸水性樹脂が備えるべき特性として は、体液等の水性液体に接した際の優れた吸水量や吸水 速度、ゲル強度、水性液体を含んだ基材から水を吸い上 げる吸引力等が挙げられる。そして、従来より、これら 特性を複数併せ持ち、紙オムツや生理用ナプキン等の衛 生材料に用いられた場合に、優れた性能(吸水特性)を 示す吸水性樹脂、または、該吸水性樹脂を用いた吸収体 10 や吸収性物品が種々提案されている。

【0005】上記従来の吸水性樹脂、或いは吸水性樹脂 を用いた吸収体や吸収性物品としては、例えば、特定の ゲル容量や剪断弾性率、抽出性重合体含量を組み合わせ た吸水性樹脂(米国特許第 4,654,039号)、吸水量や吸 水速度、ゲル強度を特定した吸水性樹脂、および、該吸 水性樹脂を用いた紙オムツや生理用ナプキン(特開昭60 -185550号公報、特開昭 60-185551号公報、特開昭 60-1 85804号公報)、特定の吸水量や吸水速度、ゲル安定性 を有する吸水性樹脂を用いた紙オムツ (特開昭60-18580 5号公報)、吸水量や吸引力、水可溶成分量を特定した 吸水性樹脂を配した吸水性物品(特開昭63-21902号公 報)、吸水量や加圧下の吸水量、ゲル破壊強度を特定し た吸水性樹脂を含有する吸水性衛生用品(特開昭63-998 61号公報)、吸水量や加圧下の吸水速度を特定した吸水 性樹脂を含有する紙オムツ (特開平2-34167号公報)、 加圧下の吸水量や、その粒径を特定した吸水性樹脂を含 有する吸水剤(欧州特許第 339,461号)、吸水速度や短 時間での加圧下の吸水量を特定した吸水性樹脂を特定量 以上含有する吸水剤(欧州特許第 443,627号)、負荷時 30 の変形や吸い上げ指数を特定した吸水性樹脂を特定量以 上含有する吸水性複合材料(欧州特許第 532,002号)等 が知られている。

【0006】一方、近年、紙オムツや生理用ナプキン等 の衛生材料は、高機能化かつ薄型化が進み、衛生材料一 枚当たりの吸水性樹脂の使用量、または、主に吸水性樹 脂と親水性繊維とからなる吸収体における吸水性樹脂の 重量%(以下、樹脂濃度と称する)が増える傾向にあ る。つまり、かさ比重の小さい親水性繊維を少なくし、 吸水性に優れ、かつ、かさ比重の大きい吸水性樹脂を多 くすることにより、吸収体における吸水性樹脂の比率を 高め、これにより吸水量を低下させることなく衛生材料 の薄型化を図っている。

[0007]

40

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、本願発 明者等が、衛生材料の吸水量を増加させるために、例え ば吸収体における樹脂濃度を増加させるべく種々検討し た結果、従来よりも樹脂濃度を高くした吸収体を用い、 かつ、衛生材料からの水性液体の漏れ等の不都合を防止 するには、上述した吸水量や吸水速度、ゲル強度、吸引 公報)またはこれらの架橋体、カチオン性モノマーの架 50 力等の特性を制御するだけでは不充分であることが見い 出された。例えば、近年、特に注目されている、加圧下の吸水量のみが非常に大きい吸水性樹脂においては、樹脂濃度を高くすると、吸収体での液拡散性が極端に低下する現象等が生じるという問題点を有している。

【0008】また、本願発明者等は、従来よりも樹脂濃度を高くした吸収体の吸水特性に着目して種々検討した結果、公知の吸水性樹脂と親水性繊維とを混合した混合物を吸収体として用いると、樹脂濃度が低い場合には一定レベルの吸水特性を示すものの、樹脂濃度が40重量%を越えると液拡散性が急激に低下し、吸収体の単位重量10当たりの吸水量が低下することを見い出した。即ち、公知の吸水性樹脂と親水性繊維とを混合した混合物を吸収体として用いると、上記の問題点が生じることとなる。

【0009】従って、本発明の目的は、上述した問題点を解決し、例えば、衛生材料等に用いた場合に、吸水性樹脂の樹脂濃度を高くしても、常に非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能(吸水特性)を示すことができる吸水性樹脂、吸収体、および、吸収性物品を提供することにある。

#### [0010]

【課題を解決するための手段】本願発明者等は、上記目的を達成すべく、吸水性樹脂、吸収体および吸収性物品について鋭意検討した結果、或る特定の吸水性樹脂前駆体を合成し、この吸水性樹脂前駆体を特定の表面架橋剤の存在下に加熱処理する、という製造方法により得られる吸水性樹脂、つまり、該吸水性樹脂を含む吸収体および吸収性物品が、上記従来の吸水性樹脂が備えていない優れた性能(吸水特性)、即ち、吸水性樹脂の使用量が多い場合や、樹脂濃度が高い場合においても、非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能を備えていることを見い出し、本発明を完成するに至った。

【0011】即ち、請求項1記載の発明の吸収体は、上記の課題を解決するために、吸収開始から60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上である吸水性樹脂を40重量%以上含むことを特徴としている。

【0012】請求項2記載の発明の吸収体は、上記の課題を解決するために、請求項1記載の吸収体において、上記吸水性樹脂の吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15g/g以上であることを特徴としている。

【0013】請求項3記載の発明の吸収体は、上記の課 40 題を解決するために、請求項1または2記載の吸収体に おいて、親水性繊維を含み、吸水性樹脂と該親水性繊維 との合計量に対する吸水性樹脂の量が50重量%以上であ ることを特徴としている。

【0014】請求項4記載の発明の吸収性物品は、上記の課題を解決するために、上記請求項1ないし3の何れか1項に記載の吸収体を含む吸収層を、透液性を有するシートと、不透液性を有するシートとで挟持してなることを特徴としている。

【0015】請求項5記載の発明の吸水性樹脂は、上記 50 拡散吸収倍率が25 g/g以上である吸水性樹脂を40重量%

の課題を解決するために、吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上であることを特徴としている。

【0016】請求項6記載の発明の吸水性樹脂は、上記の課題を解決するために、吸収開始から20分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が30 g/g以上であることを特徴としている。

【0017】請求項7記載の発明の吸水性樹脂の製造方法は、上記の課題を解決するために、平均粒径が200μm~600μmの範囲内で、粒径が106μm未満の粒子の割合が10重量%以下の、カルボキシル基を有する吸水性樹脂前駆体を、該カルボキシル基と反応可能な、溶解度パラメータが12.5(cal/cm³)¹/²以上の第一表面架橋剤、および、溶解度パラメータが12.5(cal/cm³)¹/²未満の第二表面架橋剤の存在下、160℃以上で加熱処理することを特徴としている。

【0018】以下に本発明を詳しく説明する。本発明における拡散吸収倍率とは、吸水性樹脂の坪量が高く、かつ、外力によって樹脂粒子同士が密着している状態における水性液体の拡散力を加味した、吸収体の吸水量を評価するための新規な物性値である。上記の拡散吸収倍率は、所定条件下での測定における、吸収開始から所定時間後、例えば60分後の測定値から算出される。尚、拡散吸収倍率の測定方法については、後段の実施例にて詳述する。

【0019】拡散吸収倍率により、吸水性樹脂の新たな特性を評価することができる。即ち、この拡散吸収倍率により、吸水性樹脂が水性液体を樹脂層方向(以下、横方向と称する)にどの程度均一に素早く拡散させることができるか、また、吸水性樹脂全体として実際にどの程度の吸水量を備えているかを評価することができる。水性液体の横方向への液拡散性(液拡散能力および液伝達能力)は、水性液体を多量に吸収する上において、特に重要な因子である。そして、上記評価の結果から、例えば、主に吸水性樹脂と親水性繊維とからなる吸収体、特に、吸水性樹脂の重量%(以下、樹脂濃度と称する)が高い吸収体における吸水性樹脂の吸水挙動を容易に予測することができる。尚、吸収体の構成については後述する

【0020】尚、上述した先行出願には、加圧下の吸水量を評価している文献が多数見受けられる。しかしながら、該吸水量の従来の評価は、樹脂層方向と直交する方向(以下、縦方向と称する)についてのみ行われている。このため、水性液体が横方向にどの程度均一に素早く拡散するかについては、殆ど評価されていない。従って、上記従来の評価の結果からは、例えば樹脂濃度が高い吸収体を用いた紙オムツ等における、該吸収体の吸水挙動を正確に予測することができない。

【0021】本発明の吸収体は、吸収開始から60分後の 拡散吸収倍率が25 g/g以上である吸水性樹脂を40重量%

以上、より好ましくは50重量%以上、さらに好ましくは 60重量%以上、最も好ましくは70重量%以上含んでい る。吸収開始から60分後の拡散吸収倍率が25 g/g未満の 吸水性樹脂は、樹脂濃度を高くした(高濃度の)吸収体 における横方向の液拡散性が劣り、吸収体の吸収容量が 小さくなる。吸収開始から60分後の拡散吸収倍率は、28 g/g以上がより好ましく、30 g/g以上がさらに好まし く、32 g/g以上が最も好ましい。また、拡散吸収倍率が 25 g/g以上の吸水性樹脂を含んでいても、その割合が40 重量%未満の吸収体は、その効果が顕著に現れ難い場合 10 がある。本発明においては、拡散吸収倍率は、所定条件 下での測定における、吸収開始から所定時間後の測定値 で定義されるが、上記の拡散吸収倍率に加えて、さら に、吸収開始から20分後または30分後の測定値から算出 される拡散吸収倍率が15 g/g以上の吸水性樹脂がより好 ましい。

【0022】即ち、吸水性樹脂は、吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が25g/g以上であることがより好ましく、吸収開始から20分後の拡散吸収倍率が15g/g以上であることがより分後の拡散吸収倍率が25g/g以上であることがさらに好ましく、吸収開始から20分後の拡散吸収倍率が15g/g以上であることが一層好ましく、吸収開始から20分後の拡散吸収倍率が15g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が30g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が30g/g以上であることが最も好ましい。吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15g/g未満の吸水性樹脂は、横方向の液拡散性が劣り、吸収体の吸収力の低下を招く場合がある。

【0023】本発明の吸収体は、吸水性樹脂の他に、必要に応じて親水性繊維を含んでいてもよい。そして、吸収体が例えば吸水性樹脂と親水性繊維とからなる場合には、吸収体の構成としては、例えば、吸水性樹脂と親水性繊維とを均一に混合した構成、層状に形成した親水性繊維間に吸水性樹脂を挟持した構成、吸水性樹脂と親水性繊維とを均一に混合して層状に形成し、この上に、層状に形成した親水性繊維を積層した構成、吸水性樹脂と親水性繊維とを均一に混合して層状に形成し、これと、層状に形成した親水性繊維との間に吸水性樹脂を挟持した構成等が挙げられる。さらに、吸収体は、吸水性樹脂は、10に対して特定量の水を配合することによって該吸水性樹脂をシート状に形成してなる構成であってもよい。尚、吸収体の構成は、上記例示の構成に限定されるものではない。

【0024】上記の親水性繊維としては、例えば、木材から得られるメカニカルパルプやケミカルパルプ、セミケミカルパルプ、溶解パルプ等のセルロース繊維、レーヨン、アセテート等の人工セルロース繊維等が挙げられる。上記例示の繊維のうち、セルロース繊維が好ましい。また、親水性繊維は、ポリアミドやポリエステル、

ポリオレフィン等の合成繊維を含有していてもよい。 尚、親水性繊維は、上記例示の繊維に限定されるもので はない。

【0025】上記例示の構成のうち、吸収体における吸水性樹脂の割合が40重量%以上となるように該吸水性樹脂と親水性繊維とを均一に混合した構成がより好ましく、吸水性樹脂と親水性繊維との合計量に対する吸水性樹脂の量が50重量%以上、好ましくは60重量%以上、さらに好ましくは70重量%以上となるように、これら吸水性樹脂と親水性繊維とを均一に混合した構成がさらに好ましい。これら構成とすることにより、吸収体は、その吸水特性を充分に発揮することができる。尚、該吸収体における樹脂濃度が高ければ高いほど、本発明の吸収体の特性は顕著に現れる。

【0026】また、吸収体における親水性繊維の割合が 比較的少ない場合には、接着性バインダーを用いて吸収 体、つまり、親水性繊維同士を接着させてもよい。親水 性繊維同士を接着させることにより、吸収体の使用前や 使用中における該吸収体の強度や保形性を高めることが 20 できる。

【0027】上記の接着性バインダーとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレンープロピレン共重合体、1-ブテン-エチレン共重合体等のポリオレフィン繊維等の熱融着繊維や接着性を有するエマルション等が例示できる。これら接着性バインダーは、単独で用いてもよく、また、2種類以上を混合して用いてもよい。親水性繊維と接着性バインダーとの重量比は、50/50~99/1の範囲内が好ましく、70/30~95/5の範囲内がより好ましく、80/20~95/5の範囲内がさらに好ましい。

【0028】本発明にかかる吸水性樹脂は、或る特定の 吸水性樹脂前駆体を合成し、この吸水性樹脂前駆体を特 定の表面架橋剤の存在下に加熱処理する、という製造方 法により得られる。上記の吸水性樹脂前駆体は、平均粒 径が  $200 \mu$  m  $\sim 600 \mu$  m の範囲内で、しかも、粒径が 1 06μm未満の粒子の割合が10重量%以下であり、かつ、 多量の水を吸収することによりヒドロゲルを形成する力 ルボキシル基を有する樹脂である。吸水性樹脂前駆体 は、例えば、水溶液重合により合成される。該吸水性樹 脂前駆体としては、具体的には、例えば、ポリアクリル 酸部分中和物架橋体、澱粉-アクリロニトリルグラフト 重合体の加水分解物、澱粉-アクリル酸グラフト重合体 の中和物、酢酸ビニルーアクリル酸エステル共重合体の ケン化物、アクリロニトリル共重合体若しくはアクリル アミド共重合体の加水分解物またはこれらの架橋体、カ ルボキシル基含有架橋ポリビニルアルコール変性物、架 橋イソブチレンー無水マレイン酸共重合体等が挙げられ

【0029】上記の吸水性樹脂前駆体は、例えば、(メ 50 夕)アクリル酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フマル

酸、クロトン酸、イタコン酸、β-アクリロイルオキシ プロピオン酸等の不飽和カルボン酸またはこれらの中和 物から選ばれる1種類以上の単量体を重合若しくは共重 合させた後、該重合体に対して必要により粉砕・分級等 の操作を行い、上記の平均粒径に調整することにより得 られる。上記単量体のうち、(メタ)アクリル酸および これらの中和物がより好ましい。

【0030】さらに、吸水性樹脂前駆体は、上記単量体 と、該単量体と共重合可能な別の単量体との共重合体で あってもよい。上記別の単量体としては、具体的には、 例えば、ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸、2-(メタ) アクリルアミドー2-メチルプロパンスルホン 酸、2-(メタ)アクリロイルエタンスルホン酸、2-(メタ) アクリロイルプロパンスルホン酸等のアニオン 性不飽和単量体およびその塩:アクリルアミド、メタア クリルアミド、N-エチル(メタ)アクリルアミド、N -n-プロピル(メタ)アクリルアミド、N-イソプロ ピル (メタ) アクリルアミド、N, N-ジメチル (メ タ) アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル (メタ) ア クリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレ ート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリ レート、ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレ ート、ビニルピリジン、N-ビニルピロリドン、N-ア クリロイルピペリジン、N-アクリロイルピロリジン等 のノニオン性の親水基含有不飽和単量体:N.N-ジメ チルアミノエチル (メタ) アクリレート、N. N-ジエ チルアミノエチル (メタ) アクリレート、N, N-ジメ チルアミノプロピル (メタ) アクリレート、N. N-ジ メチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミド、およ び、これらの四級塩等のカチオン性不飽和単量体等が挙 30 げられる。

【0031】吸水性樹脂前駆体におけるカルボキシル基 の含有量は、特に限定されるものではないが、吸水性樹 脂前駆体 100g当たり、0.01当量以上のカルボキシル基 が存在していることが好ましい。また、吸水性樹脂前駆 体が例えばポリアクリル酸部分中和物架橋体である場合 には、該架橋体におけるポリアクリル酸未中和物の割合 は、1モル%~60モル%の範囲内が望ましく、10モル% ~50モル%の範囲内がより望ましい。

【0032】吸水性樹脂前駆体は、複数の重合性不飽和 40 基や、複数の反応性基を有する架橋剤と反応または共重 合させることにより、その内部が架橋されていることが 好ましい。また、吸水性樹脂前駆体は、架橋剤を必要と しない自己架橋型であってもよい。上記の架橋剤として は、具体的には、例えば、N, N'ーメチレンビス(メ タ) アクリルアミド、(ポリ) エチレングリコールジ (メタ) アクリレート、(ポリ) プロピレングリコール ジ (メタ) アクリレート、トリメチロールプロパンジ (メタ) アクリレート、トリメチロールプロパントリ (メタ) アクリレート、グリセリントリ (メタ) アクリ 50 は、所定形状に造粒されていてもよく、また、球状、鱗

レート、グリセリンアクリレートメタクリレート、エチ レンオキシド変性トリメチロールプロパントリ(メタ) アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ (メタ) ア クリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ (メタ) ア クリレート、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソ シアヌレート、トリアリルホスフェート、トリアリルア ミン、ポリ(メタ)アリロキシアルカン、(ポリ)エチ レングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールジ グリシジルエーテル、エチレングリコール、ポリエチレ ングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペ ンタエリスリトール、エチレンジアミン、ポリエチレン イミン、グリシジル(メタ)アクリレート等が挙げられ る。これら架橋剤は、単独で用いてもよく、また、2種 類以上を混合して用いてもよい。上記例示の化合物のう ち、複数の重合性不飽和基を有する化合物を架橋剤とし て用いることがより好ましい。

【0033】架橋剤の使用量は、上記単量体の合計量に 対して 0.005モル%~2モル%の範囲内が好ましく、0. 05モル%~1モル%の範囲内がより好ましい。架橋剤の 使用量が 0.005モル%よりも少ない場合、並びに、2モ ル%よりも多い場合には、吸水性樹脂の拡散吸収倍率が 低下するので好ましくない。

【0034】また、上記重合反応における重合開始時に は、例えば、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過 硫酸ナトリウム、tープチルハイドロパーオキサイド、 過酸化水素、2、2'-アゾビス(2-アミジノプロパ ン) 二塩酸塩等のラジカル重合開始剤、或いは、紫外線 や電子線等の活性エネルギー線等を用いることができ る。また、酸化性ラジカル重合開始剤を用いる場合に は、例えば、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナトリウ ム、硫酸第一鉄、レーアスコルビン酸等の還元剤を併用 してレドックス重合を行っても良い。これら重合開始剤 の使用量は、 0.001モル%~2モル%の範囲内が好まし く、0.01モル%~0.5モル%の範囲内がより好ましい。 【0035】上記の吸水性樹脂前駆体は、その拡散吸収 倍率が本発明における好ましい範囲を満たしていない。 このため、特定の表面架橋剤を用いることにより、該吸 水性樹脂前駆体の表面近傍の架橋密度を内部よりも高く する必要がある。つまり、吸水性樹脂前駆体の表面近傍 を特定の表面架橋剤を用いて架橋させることにより、本 発明にかかる吸水性樹脂が得られる。

【0036】即ち、本発明にかかる吸水性樹脂は、前記 した水溶液重合によって得られる吸水性樹脂前駆体、即 ち、平均粒径が 200μm~600 μmの範囲内で、しか も、粒径が 106 µ m未満の粒子の割合が10重量%以下と なるように分級等の操作により調整した後、該吸水性樹 脂前駆体を溶解度パラメータ範囲が互いに異なる2種類 以上の表面架橋剤の存在下に加熱処理することにより得 られる。上記吸水性樹脂、つまり、吸水性樹脂前駆体

片状、不定形破砕状、顆粒状等の種々の形状であっても よい。さらに、吸水性樹脂前駆体は、1次粒子であって もよく、また、1次粒子の造粒体であってもよい。尚、 平均粒径が  $200 \mu m \sim 600 \mu m$ の範囲外である場合や、 粒径が 106 μ m未満の粒子の割合が10重量%を越える場 合には、拡散吸収倍率等の性能に優れた吸水性樹脂を得 ることができないおそれがある。

【0037】上記の表面架橋剤は、溶解度パラメータ (SP値) が互いに異なる第一表面架橋剤および第二表 面架橋剤を組み合わせてなる。尚、上記の溶解度パラメ 10 ータとは、化合物の極性を表すファクターとして一般に 用いられる値である。本発明においては、上記の溶解度 パラメータに対して、ポリマーハンドブック第3版 (WI LEY INTERSCIENCE社発行) 527頁~ 539頁に記載されて いる溶媒の溶解度パラメータ $\delta(cal/cm^3)^{1/2}$ の値を適用 することとする。また、上記の頁に記載されていない溶 媒の溶解度パラメータに関しては、該ポリマーハンドブ ックの 524頁に記載されているSmallの式に、同 5 25頁に記載されているHoyの凝集エネルギー定数を代 入して導かれる値を適用することとする。

【0038】上記の第一表面架橋剤は、カルボキシル基 と反応可能な、溶解度パラメータが12.5(cal/cm³)¹/³以 上の化合物が好ましく、13.0(cal/cm³)'/'以上の化合物 がより好ましい。上記の第一表面架橋剤としては、例え ば、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリ セリン、ペンタエリスリトール、ソルビトール、エチレ ンカーボネート(1,3-ジオキソラン-2-オン)、 プロピレンカーボネート(4-メチル-1, 3-ジオキ ソラン-2-オン)等が挙げられるが、これら化合物に 限定されるものではない。これら第一表面架橋剤は、単 独で用いてもよく、また、2種類以上を混合して用いて

【0039】上記の第二表面架橋剤は、カルボキシル基 と反応可能な、溶解度パラメータが12.5(cal/cm³)'/\*未 満の化合物が好ましく、 9.5(cal/cm³)<sup>1/2</sup>~12.0(cal/c m³)¹/¹の範囲内の化合物がより好ましい。上記の第二表 面架橋剤としては、例えば、ジエチレングリコール、ト リエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ジ プロピレングリコール、トリプロピレングリコール、 1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、 1,5-ペンタンジオール、2,4-ペンタンジオー ル、1,6-ヘキサンジオール、2,5-ヘキサンジオ ール、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、 トリエタノールアミン、エチレングリコールジグリシジ ルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエー テル、グリセロールポリグリシジルエーテル、ジグリセ ロールポリグリシジルエーテル、ポリグリセロールポリ グリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジ ルエーテル、ポリプロピレングリコールジグリシジルエ

リエチレンテトラミン、2,4-トリレンジイソシアネ ート、ヘキサメチレンジイソシアネート、4,5-ジメ チル-1, 3-ジオキソラン-2-オン、エピクロロヒ ドリン、エピブロモヒドリン等が挙げられるが、これら 化合物に限定されるものではない。これら第二表面架橋 剤は、単独で用いてもよく、また、2種類以上を混合し て用いてもよい。

【0040】本発明では、表面架橋剤として、上記第一 表面架橋剤の群より選ばれる1種類または2種類以上の 化合物、および、上記第二表面架橋剤の群より選ばれる 1種類または2種類以上の化合物を合わせて用いること が必要である。1種類または2種類以上の第一表面架橋 剤のみを用いた場合、或いは、1種類または2種類以上 の第二表面架橋剤のみを用いた場合は、拡散吸収倍率等 の性能に優れた吸水性樹脂を得ることができないおそれ がある。

【0041】表面架橋剤の使用量は、用いる化合物やそ れらの組み合わせ等にもよるが、吸水性樹脂前駆体の固 形分 100重量部に対して、第一表面架橋剤の使用量が0. 20 01重量部~5重量部、第二表面架橋剤の使用量が 0.001 重量部~1重量部の範囲内が好ましく、第一表面架橋剤 の使用量が 0.1重量部~2重量部、第二表面架橋剤の使 用量が 0.005重量部~ 0.5重量部の範囲内がより好まし い。上記の表面架橋剤を用いることにより、吸水性樹脂 前駆体、つまり、吸水性樹脂の表面近傍の架橋密度を内 部よりも高くすることができる。表面架橋剤の使用量が 10重量部を越える場合には、不経済となるばかりか、吸 水性樹脂における最適な架橋構造を形成する上で、表面 架橋剤の量が過剰となるため、好ましくない。また、表 面架橋剤の使用量が 0.001重量部未満の場合には、吸水 性樹脂における拡散吸収倍率等の性能を向上させる上 で、その改良効果が得られ難いため、好ましくない。

【0042】吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合す る際には、溶媒として水を用いることが好ましい。水の 使用量は、吸水性樹脂前駆体の種類や粒径等にもよる が、吸水性樹脂前駆体の固形分 100重量部に対して、0 を越え、20重量部以下が好ましく、 0.5重量部~10重量 部の範囲内がより好ましい。

【0043】また、吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを 40 混合する際には、必要に応じて、溶媒として親水性有機 溶媒を用いてもよい。上記の親水性有機溶媒としては、 例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プ ロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチ ルアルコール、イソブチルアルコール、 t ーブチルアル コール等の低級アルコール類;アセトン等のケトン類; ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類:N. N-ジメチルホルムアミド等のアミド類;ジメチルスル ホキシド等のスルホキシド類等が挙げられる。親水性有 機溶媒の使用量は、吸水性樹脂前駆体の種類や粒径等に ーテル、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、ト 50 もよるが、吸水性樹脂前駆体の固形分 100重量部に対し

て、20重量部以下が好ましく、 0.1重量部~10重量部の 範囲内がより好ましい。

【0044】そして、吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤と を混合する際には、例えば、上記の親水性有機溶媒中に 吸水性樹脂前駆体を分散させた後、表面架橋剤を混合し てもよいが、混合方法は、特に限定されるものではな い。種々の混合方法のうち、必要に応じて水および/ま たは親水性有機溶媒に溶解させた表面架橋剤を、吸水性 樹脂前駆体に直接、噴霧若しくは滴下して混合する方法 が好ましい。また、水を用いて混合する場合には、水に 10 不溶な微粒子状の粉体や、界面活性剤等を共存させても よい。

【0045】吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合す る際に用いられる混合装置は、両者を均一かつ確実に混 合するために、大きな混合力を備えていることが好まし い。上記の混合装置としては、例えば、円筒型混合機、 二重壁円錐型混合機、V字型混合機、リボン型混合機、 スクリュー型混合機、流動型炉ロータリーデスク型混合 機、気流型混合機、双腕型ニーダー、内部混合機、粉砕 型ニーダー、回転式混合機、スクリュー型押出機等が好 適である。

【0046】吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合し た後、加熱処理を行い、吸水性樹脂前駆体の表面近傍を 架橋させる。上記加熱処理の処理温度は、用いる表面架 橋剤にもよるが、160℃以上、250℃以下が好ましい。 処理温度が 160℃未満の場合には、均一な架橋構造が形 成されず、従って、拡散吸収倍率等の性能に優れた吸水 性樹脂を得ることができないため、好ましくない。処理 温度が 250℃を越える場合には、吸水性樹脂前駆体の劣 化を引き起こし、吸水性樹脂の性能が低下するため、好 30 ましくない。

【0047】上記の加熱処理は、通常の乾燥機または加 熱炉を用いて行うことができる。上記の乾燥機として は、例えば、溝型混合乾燥機、ロータリー乾燥機、デス ク乾燥機、流動層乾燥機、気流型乾燥機、赤外線乾燥機 等が挙げられる。

【0048】以上の製造方法により得られる吸水性樹脂 は、吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上で あり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上であ る。また、本発明の吸収体は、上記の吸水性樹脂を40重 40 量%以上含んでなっている。このため、吸収体は、上述 したような優れた吸水特性を備えている。従って、吸収 体は、例えば、吸収性物品に用いた場合に、吸水性樹脂 の使用量が多い場合や、吸収体における樹脂濃度が高い 場合においても、非常に高い液拡散性および吸水量を保 持する等の優れた性能(吸水特性)を示すことができ る。

【0049】本発明にかかる吸水性樹脂を用いた吸収体 が非常に優れた拡散吸収倍率等の性能を示す原因は定か 伝達が、従来の吸収体においては、親水性繊維の毛細管 現象によってなされているのに対し、本発明にかかる吸 収体においては、特定の表面架橋方法を行うことにより 得られる優れた拡散吸収倍率を有する吸水性樹脂が備え る高度な液拡散性(液拡散能力および液伝達能力)が吸 収体中でも充分に発揮されるためと推測される。

12

【0050】また、本発明にかかる吸収性物品は、上記 構成の吸収体を含む吸収層を、透液性を有するシート と、不透液性を有するシートとで挟持してなる。そし て、該吸収性物品は、上記構成の吸収体を含む吸収層を 有してなるので、上述したような優れた吸水特性を備え ている。吸収性物品としては、具体的には、例えば、紙 オムツや生理用ナプキン、いわゆる失禁パット等の衛生 材料等が挙げられるが、特に限定されるものではない。 吸収性物品は優れた吸水特性を備えているので、例えば 該吸収性物品が紙オムツである場合には、尿の漏れを防 止することができると共に、いわゆるドライ感を付与す ることができる。

【0051】上記の透液性を有するシート(以下、液透 20 過性シートと称する)は、水性液体を透過する性質を備 えた材料からなっている。液透過性シートの材料として は、例えば、不織布、織布;ポリエチレンやポリプロピ レン、ポリエステル、ポリアミド等からなる多孔質の合 成樹脂フィルム等が挙げられる。上記の不透液性を有す るシート(以下、液不透過性シートと称する)は、水性 液体を透過しない性質を備えた材料からなっている。液 不透過性シートの材料としては、例えば、ポリエチレ ン、ポリプロピレン、エチレンビニルアセテート、ポリ 塩化ビニル等からなる合成樹脂フィルム:これら合成樹 脂と不織布との複合材からなるフィルム;上記合成樹脂 と織布との複合材からなるフィルム等が挙げられる。 尚、液不透過性シートは、蒸気を透過する性質を備えて いてもよい。

【0052】吸収層の構成は、特に限定されるものでは なく、上記の吸収体を有していればよい。また、吸収層 の製造方法は、特に限定されるものではない。さらに、 液透過性シートと液不透過性シートとで吸収層を挟持す る方法、即ち、吸収性物品の製造方法は、特に限定され るものではない。

【0053】尚、上記の吸収体にさらに消臭剤、香料、 各種の無機粉末、発泡剤、顔料、染料、親水性短繊維、 肥料、酸化剤、還元剤、水、塩類等を添加し、これによ り、吸収体または吸収性物品に種々の機能を付与させて もよい。

[0054]

【作用】以上のように、上記構成の吸水性樹脂は、非常 に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能 (吸水特性)を示すことができる。また、上記構成の吸 収体は、吸水性樹脂の使用量が多い場合や、吸収体にお ではないが、該吸収体中での水性液体の液拡散および液 50 ける樹脂濃度が高い場合においても、非常に高い液拡散

14

性および吸水量を保持する等の優れた性能を示すことが できる。上記の吸収体は、例えば、高機能化かつ薄型化 が望まれている紙オムツや生理用ナプキン、いわゆる失 禁パット等の衛生材料等の吸収性物品に特に好適に用い ることができる。これにより、上述した優れた性能を示 す吸収性物品を提供することができる。

[0055]

【実施例】以下、実施例および比較例により、本発明を さらに詳細に説明するが、本発明はこれらにより何ら限 定されるものではない。尚、吸水性樹脂および吸収体の 10 諸性能は、以下の方法で測定した。

【0056】(a)吸水倍率

吸水性樹脂 0.2gを不織布製の袋 (60mm×60mm) に均一 に入れ、 0.9重量%塩化ナトリウム水溶液(生理食塩 水)中に浸漬した。60分後に袋を引き上げ、遠心分離機 を用いて 250Gで3分間水切りを行った後、袋の重量W 」(g)を測定した。また、同様の操作を吸水性樹脂を 用いないで行い、そのときの重量W。(g)を測定し た。そして、これら重量W<sub>1</sub>・W<sub>2</sub>から、次式、 吸水倍率 (g/g)= (重量W₁(g) -重量W₀(g))/吸 20 水性樹脂の重量(g)

に従って吸水倍率 (g/g)を算出した。

【0057】(b)拡散吸収倍率

先ず、拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置について、 図1および図2を参照しながら、以下に簡単に説明す る。

【0058】図1に示すように、測定装置は、天秤1 と、この天秤1上に載置された所定容量の容器2と、外 気吸入パイプ3と、導管4と、ガラスフィルタ6と、こ のガラスフィルタ6上に載置された測定部5とからなっ ている。上記の容器2は、その頂部に開口部2aを、そ の側面部に開口部2bをそれぞれ有しており、開口部2 aに外気吸入パイプ3が嵌入される一方、開口部2bに 導管4が取り付けられている。また、容器2には、所定 量の生理食塩水12が入っている。外気吸入パイプ3の 下端部は、生理食塩水12中に没している。上記のガラ スフィルタ6は、直径70mmに形成されている。そして、 容器2およびガラスフィルタ6は、導管4によって互い に連通している。また、ガラスフィルタ6は、外気吸入 パイプ3の下端に対してごく僅かに高い位置に固定され 40 ている。

【0059】図2に示すように、上記の測定部5は、濾 紙7と、シート8と、支持円筒9と、この支持円筒9の 底部に貼着された金網10と、重り11とを有してい る。そして、測定部5は、ガラスフィルタ6上に、濾紙 7、シート8、支持円筒9(つまり、金網10)がこの 順に載置されると共に、支持円筒9内部、即ち、金網1 0上に重り11が載置されてなっている。シート8は、 ポリエチレンテレフタレート (PET) からなり、中央 部に直径18mmの開口部を有する厚さ 0.1mmのドーナツ状 50 紙7、シート8、支持角筒19がこの順に載置されると

に形成されている。支持円筒9は、内径60mmに形成され ている。金網10は、ステンレスからなり、 400メッシ ュ (目の大きさ38μm) に形成されている。そして、金 網10上に所定量の吸水性樹脂が均一に撒布されるよう になっている。重り11は、金網10、即ち、吸水性樹 脂に対して、20 g/cm<sup>2</sup>の荷重を均一に加えることができ るように、その重量が調整されている。

【0060】上記構成の測定装置を用いて拡散吸収倍率 を測定した。測定方法について以下に説明する。

【0061】先ず、容器2に所定量の生理食塩水12を 入れる、容器2に外気吸入パイプ3を嵌入する、等の所 定の準備動作を行った。次に、ガラスフィルタ6上に濾 紙7を載置し、この濾紙7上にシート8を、その開口部 がガラスフィルタ6の中心部に位置するようにして載置 した。一方、これら載置動作に並行して、支持円筒9内 部、即ち、金網10上に吸水性樹脂 1.5g(好ましく) は、分級等の操作により、粒径を  $300 \mu$  m  $\sim 500 \mu$  m に 予め調整した吸水性樹脂 1.5g) を均一に撒布し、この 吸水性樹脂上に重り11を載置した。

【0062】次いで、シート8上に、金網10、つま り、吸水性樹脂および重り11を載置した上記支持円筒 9を、その中心部がガラスフィルタ6の中心部に一致す るようにして載置した。

【0063】そして、シート8上に支持円筒9を載置し た時点から、20分間、30分間、或いは、60分間にわたっ て吸水性樹脂が吸水した生理食塩水12の重量W

2 (g)を、天秤1を用いて測定した。尚、図3に示す ように、生理食塩水12は、シート8の開口部を通過し た後、吸水性樹脂の横方向にほぼ均一に拡散しながら、 吸水性樹脂に吸水された。

【0064】そして、上記の重量W。から、次式、 拡散吸収倍率 (g/g)=重量W<sub>1</sub>(g) /吸水性樹脂の重量 (g)

に従って、吸水開始から20分後、30分後、或いは、60分 後の拡散吸収倍率 (g/g)を算出した。

【0065】 (c) 吸収体の拡散吸収倍率

先ず、吸収体の拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置に ついて、図4および図5を参照しながら、以下に簡単に 説明する。尚、説明の便宜上、前記拡散吸収倍率の測定 に用いる測定装置と同一の機能を有する構成には、同一 の符号を付記し、その説明を省略する。

【0066】図4に示すように、測定装置は、天秤1 と、容器2と、外気吸入パイプ3と、導管4と、直径1 20mmに形成されたガラスフィルタ6と、このガラスフィ ルタ6上に載置された測定部15とからなっている。図 5に示すように、上記の測定部15は、濾紙7と、シー ト8と、支持角筒19と、重り11とを有している。 尚、前記の金網は有していない。

【0067】測定部15は、ガラスフィルタ6上に、濾

共に、支持角筒19内部に重り11が載置されてなって いる。シート8は、ポリエチレンテレフタレートからな り、中央部に12.5mm× 100mmの長方形の開口部を有する 厚さ 0.1mmの矩形状に形成されている。支持角筒 1 9 は、内寸法が 100mm× 100mmに形成されている。そし て、支持角筒19内部に所定の大きさの吸収体が載置さ れるようになっている。測定装置のその他の構成は、前 記拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置と同一である。

【0068】上記構成の測定装置を用いて吸収体の拡散 吸収倍率を測定した。測定方法について以下に説明す る。

【0069】先ず、吸収体を 100mm× 100mmの大きさに 形成した。また、所定の準備動作を行った。次に、ガラ スフィルタ6上に濾紙7を載置し、この濾紙7上にシー ト8を、その開口部がガラスフィルタ6の中心部に位置 するようにして載置した。次いで、シート8上に支持角 筒19を、その中心部がガラスフィルタ6の中心部に一 致するようにして載置した。

【0070】その後、支持角筒19内部、即ち、シート 8上に吸収体を載置し、この吸収体上に重り11を載置 20 した。尚、吸収体および重り11の載置動作は、素早く 行った。

【0071】そして、シート8上に吸収体を載置した時 点から、30分間、或いは、60分間にわたって吸収体が吸 水した生理食塩水12の重量W; (g)を、天秤1を用 いて測定した。尚、図6に示すように、生理食塩水12 は、シート8の開口部を通過した後、吸収体中を横方向 にほぼ均一に拡散しながら、吸収体に吸水された。

【0072】そして、上記の重量W。から、次式、 吸収体の拡散吸収倍率 (g/g) = 重量W<sub>3</sub>(g) / 吸収体の 30 重量 (g)

に従って、吸水開始から30分後、或いは、60分後の、吸 収体の拡散吸収倍率 (g/g)を算出した。

【0073】〔実施例1〕単量体としてのアクリル酸ナ トリウム(中和率65モル%)の30重量%水溶液5500g に、架橋剤としてのポリエチレングリコールジアクリレ ート(エチレンオキシドの平均付加モル数8) 18.49g を溶解させて反応液とした。次に、この反応液を窒素ガ ス雰囲気下で30分間脱気した。次いで、シグマ型羽根を 2本有する内容積10Lのジャケット付きステンレス製双 40 腕型ニーダーに蓋を付けて形成した反応器に、上記反応 液を供給し、反応液を30℃に保ちながら系を窒素ガス置 換した。続いて、反応液を攪拌しながら、過硫酸アンモ ニウム 2.3gおよびL-アスコルビン酸0.12gを添加し たところ、凡そ1分後に重合が開始した。そして、30℃ ~80℃で重合を行い、重合を開始して60分後に含水ゲル 状重合体を取り出した。

【0074】得られた含水ゲル状重合体は、その径が約 5 mmに細分化されていた。この細分化された含水ゲル状 重合体を50メッシュの金網上に広げ、 150℃で90分間熱 50 ンビスアクリルアミド2.35gを溶解させて反応液とし

風乾燥した。次いで、乾燥物を振動ミルを用いて粉砕 し、さらに20メッシュの金網で分級することにより、平 均粒径が 360μmで、しかも、粒径が 106μm未満の粒 子の割合が5重量%の不定形破砕状の吸水性樹脂前駆体 を得た。

【0075】得られた吸水性樹脂前駆体 100重量部に、 第一表面架橋剤としてのグリセリン( $SP値: \delta = 16.5$ (cal/cm³)'/²) 1 重量部と、第二表面架橋剤としてのエ チレングリコールジグリシジルエーテル (SP値: δ= 10 10.2(cal/cm³)'/²) 0.05重量部と、水3重量部と、エチ ルアルコール1重量部とからなる表面架橋剤を混合し た。上記の混合物を 195℃で40分間加熱処理することに より、吸水性樹脂を得た。得られた吸水性樹脂の平均粒 径は 360 μmであり、粒径が 106 μm未満の粒子の割合 は5重量%であった。この吸水性樹脂の吸水倍率および 拡散吸収倍率(以下、単に結果と記す)を表1に合わせ て記載した。

【0076】〔実施例2〕アクリル酸ナトリウム(中和 率75モル%)の39重量%水溶液5500gに、架橋剤として のトリメチロールプロパントリアクリレート3.59gを溶 解させて反応液とした。次に、この反応液を窒素ガス雰 囲気下で30分間脱気した。次いで、実施例1の反応器と 同様の反応器に、上記反応液を供給し、反応液を30℃に 保ちながら系を窒素ガス置換した。続いて、反応液を攪 拌しながら、過硫酸アンモニウム 2.4g およびL-アス コルビン酸0.12gを添加したところ、凡そ1分後に重合 が開始した。そして、30℃~80℃で重合を行い、重合を 開始して60分後に含水ゲル状重合体を取り出した。

【0077】得られた含水ゲル状重合体は、その径が約 5 mmに細分化されていた。この細分化された含水ゲル状 重合体を50メッシュの金網上に広げ、 150℃で90分間熱 風乾燥した。次いで、乾燥物を振動ミルを用いて粉砕 し、さらに20メッシュの金網で分級することにより、平 均粒径が 400μmで、しかも、粒径が 106μm未満の粒 子の割合が5重量%の不定形破砕状の吸水性樹脂前駆体 を得た。

【0078】得られた吸水性樹脂前駆体 100重量部に、 第一表面架橋剤としてのエチレングリコール (SP値:  $\delta = 14.6 (cal/cm^3)^{1/3}$ ) 0.5重量部と、第二表面架橋剤 としてのグリセロールポリグリシジルエーテル(SP 値: $\delta=10.8(cal/cm^3)^{1/2}$ ) 0.1重量部と、水3重量部 と、エチルアルコール1重量部とからなる表面架橋剤を 混合した。上記の混合物を 195℃で40分間加熱処理する ことにより、吸水性樹脂を得た。得られた吸水性樹脂の 平均粒径は 400μmであり、粒径が 106μm未満の粒子 の割合は3重量%であった。この吸水性樹脂の結果を表 1に合わせて記載した。

【0079】〔実施例3〕アクリル酸ナトリウムの20重 量%水溶液5500gに、架橋剤としてのN, N'ーメチレ

た。次に、この反応液を窒素ガス雰囲気下で30分間脱気 した。次いで、実施例1の反応器と同様の反応器に、上 記反応液を供給し、反応液を30℃に保ちながら系を窒素 ガス置換した。続いて、反応液を攪拌しながら、過硫酸 アンモニウム 1.5gおよびL-アスコルビン酸0.07gを 添加したところ、凡そ1分後に重合が開始した。そし て、30℃~80℃で重合を行い、重合を開始して60分後 に、中和剤である炭酸ナトリウム 606.7gをさらに加え て攪拌した後、含水ゲル状重合体を取り出した。

【0080】得られた含水ゲル状重合体は中和率が75モ ル%であり、その径が約5mmに細分化されていた。この 細分化された含水ゲル状重合体を50メッシュの金網上に 広げ、 150℃で90分間熱風乾燥した。次いで、乾燥物を 振動ミルを用いて粉砕し、さらに20メッシュの金網で分 級することにより、平均粒径が 390μmで、しかも、粒 径が 106 μ m未満の粒子の割合が 4 重量%の不定形破砕 状の吸水性樹脂前駆体を得た。

【0081】得られた吸水性樹脂前駆体 100重量部に、 第一表面架橋剤としてのプロピレングリコール(SP 値: $\delta=12.6$ (cal/cm³) $^{1/2}$ ) 0.75重量部と、第二表面架 20 得られた結果を表1に合わせて記載した。 橋剤としてのプロピレングリコールジグリシジルエーテ ル (SP値:  $\delta = 10.1 (cal/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>) 0.05重量部と、水$ 3重量部と、エチルアルコール0.75重量部とからなる表 面架橋剤を混合した。上記の混合物を 195℃で40分間加 熱処理することにより、吸水性樹脂を得た。得られた吸 水性樹脂の平均粒径は 390 μmであり、粒径が 106 μm 未満の粒子の割合は3重量%であった。この吸水性樹脂 の結果を表1に合わせて記載した。

【0082】〔比較例1〕アクリル酸ナトリウム(中和 率75モル%) の39重量%水溶液5500gに、架橋剤として のトリメチロールプロパントリアクリレート7.18gを溶 解させて反応液とした。次に、この反応液を窒素ガス雰 囲気下で30分間脱気した。次いで、実施例1の反応器と 同様の反応器に、上記反応液を供給し、反応液を30℃に 保ちながら系を窒素ガス置換した。続いて、反応液を攪 拌しながら、過硫酸ナトリウム 5.0g およびL-アスコ ルビン酸0.25gを添加したところ、凡そ1分後に重合が 開始した。そして、30℃~80℃で重合を行い、重合を開 始して60分後に含水ゲル状重合体を取り出した。

【0083】得られた含水ゲル状重合体は、その径が約 40

5mmに細分化されていた。この細分化された含水ゲル状 重合体を50メッシュの金網上に広げ、 150℃で90分間熱 風乾燥した。次いで、乾燥物を振動ミルを用いて粉砕 し、さらに20メッシュの金網で分級することにより、平 均粒径が 360μmで、しかも、粒径が 106μm未満の粒 子の割合が5重量%の不定形破砕状の比較用吸水性樹脂 を得た。得られた比較用吸水性樹脂の結果を表1に合わ せて記載した。

【0084】〔比較例2〕比較例1におけるトリメチロ ールプロパントリアクリレートに代えて、架橋剤として のN, N'-メチレンビスアクリルアミド 18.67gを用 いた以外は、比較例1と同様の反応および操作を行い、 平均粒径が 400μmで、しかも、粒径が 106μm未満の 粒子の割合が3重量%の不定形破砕状の比較用吸水性樹 脂を得た。得られた比較用吸水性樹脂の結果を表1に合 わせて記載した。

【0085】〔比較例3〕部分的に中和および架橋され たアクリル酸重合体(商品名:アクアリックCA・W 4:株式会社日本触媒製)を比較用吸水性樹脂とした。

【0086】 〔比較例4〕部分的に中和および架橋され た澱粉-アクリル酸グラフト重合体(商品名:サンウエ ットIM3900P;ヘキストセラニーズ株式会社製) を比較用吸水性樹脂とした。得られた結果を表1に合わ せて記載した。

【0087】 〔比較例5〕 部分的に中和および架橋され たアクリル酸重合体(商品名:ダイヤウエットUS2-452;三菱油化株式会社製)を比較用吸水性樹脂とし た。得られた結果を表1に合わせて記載した。

【0088】 〔比較例6〕 部分的に中和および架橋され たアクリル酸重合体(商品名:アクアキープSA-6 0;住友精化株式会社製)を比較用吸水性樹脂とした。 得られた結果を表1に合わせて記載した。

【0089】 〔比較例7〕株式会社ユニチャーム製のマ ミーポコ(商品名)と称する紙オムツから吸水性樹脂を 取り出し、これを比較用吸水性樹脂とした。得られた結 果を表1に合わせて記載した。

[0 0.9 0]

【表1】

	吸水倍率	拡散。	及収倍率 ()	g/g)
	(g/g)	20分後	3 0 分後	6 0 分後
実施例1	3 1	20.8	28.6	31.3
実施例2	3 0	22.5	27.9	30.1
実施例3	3 8	16.0	24.0	33.9
比較例 1	3 1	3. 6	5. 9	11.7
比較例2	1 8	10.1	16.7	2,1, 1
比較例3	4 0	20.3	22, 1	23.1
比較例4	3 3	4. 2	6.5	11.7
比較例 5	3 7	6. 9	9. 7	12.2
比較例 6	3 9	9. 6	13.9	21.1
比較例7	3 2	3, 7	5.7	9. 1

【0091】〔実施例4〕実施例1で得られた吸水性樹脂45重量部と、親水性繊維としての木材粉砕パルプ55重量部とを、ミキサーを用いて乾式混合した。得られた混合物を100mm×100mmの大きさのウェブに成形した後、このウェブを圧力2kg/cm²で1分間プレスすることにより、坪量が約0.050 g/cm²の吸収体を得た。得られた吸収体の拡散吸収倍率(以下、単に結果と記す)を表2に合わせて記載した。

【0092】〔実施例5〕実施例1で得られた吸水性樹脂50重量部と、木材粉砕パルプ50重量部とを、ミキサーを用いて乾式混合した。得られた混合物を100mm×100mmの大きさのウェブに成形した後、このウェブを圧力2kg/cm²で1分間プレスすることにより、坪量が約0.047g/cm²の吸収体を得た。得られた吸収体の結果を表2に30合わせて記載した。

【0093】〔実施例6〕実施例1で得られた吸水性樹脂60重量部と、木材粉砕パルブ40重量部とを、ミキサーを用いて乾式混合した。得られた混合物を100mm×100mmの大きさのウェブに成形した後、このウェブを圧力2kg/cm²で1分間プレスすることにより、坪量が約0.041g/cm²の吸収体を得た。得られた吸収体の結果を表2に合わせて記載した。

【0094】〔実施例7〕実施例1で得られた吸水性樹脂75重量部と、木材粉砕パルプ25重量部とを、ミキサー 40を用いて乾式混合した。得られた混合物を100mm×100mmの大きさのウェブに成形した後、このウェブを圧力2kg/cm²で1分間プレスすることにより、坪量が約0.035g/cm²の吸収体を得た。得られた吸収体の結果を表2に合わせて記載した。

【0095】〔実施例8・9〕実施例7において、実施例1で得られた吸水性樹脂に代えて、実施例2・実施例3で得られた吸水性樹脂をそれぞれ順に用いた以外は、実施例7と同様にして吸収体を得た。得られた吸収体の結果を表2に合わせて記載した。

【0096】 [比較例8] 実施例4において、実施例1 で得られた吸水性樹脂に代えて、比較例1で得られた比 較用吸水性樹脂を用いた以外は、実施例4と同様にして 20 比較用吸収体を得た。得られた比較用吸収体の結果を表 2に合わせて記載した。

【0097】 [比較例9] 実施例5において、実施例1 で得られた吸水性樹脂に代えて、比較例1で得られた比 較用吸水性樹脂を用いた以外は、実施例5と同様にして 比較用吸収体を得た。得られた比較用吸収体の結果を表 2に合わせて記載した。

【0098】 〔比較例10〕 実施例6において、実施例1で得られた吸水性樹脂に代えて、比較例1で得られた比較用吸水性樹脂を用いた以外は、実施例6と同様にして比較用吸収体を得た。得られた比較用吸収体の結果を表2に合わせて記載した。

【0099】 〔比較例11~17〕 実施例7において、 実施例1で得られた吸水性樹脂に代えて、比較例1~比 較例7で得られた比較用吸水性樹脂をそれぞれ順に用い た以外は、実施例7と同様にして比較用吸収体を得た。 得られた比較用吸収体の結果を表2に合わせて記載し た。

[0100]

【表2】

	吸収体の拡散吸収倍率 (g/g)			
	3 0 分後	6 0 分後		
実施例 4	19.4	19.7		
実施例 5	19.5	20.1		
実施例 6	19.3	22.2		
実施例 7	19.1	24.3		
実施例 8	19.4	23.1		
実施例 9	17.9	25.6		
比較例 8	17.6	18.5		
比較例 9	10.1	15.1		
比較例10	9.6	14.2		
比較例11	7. 3	10.4		
比較例12	13,0	16.9		
比較例13	16.0	18.3		
比較例14	7. 4	. 10.7		
比較例15	9, 1	10.7		
比較例 1 6	11.5	15.8		
比較例17	6.8	8.6		

【0101】〔実施例10〕実施例1で得られた吸水性樹脂50重量部と、木材粉砕パルブ50重量部とを、ミキサーを用いて乾式混合した。次いで、得られた混合物を、400メッシュ(目の大きさ38μm)に形成されたワイヤースクリーン上にバッチ型空気抄造装置を用いて空気抄造することにより、120mm×400mmの大きさのウェブに成形した。さらに、このウェブを圧力2kg/cm²で5秒間プレスすることにより、坪量が約0.047 g/cm²の吸収体を得た。

【0102】続いて、液不透過性のポリプロピレンからなり、いわゆるレッグギャザーを有するバックシート

(液不透過性シート)、上記の吸収体、および、液透過性のポリプロピレンからなるトップシート(液透過性シート)を、両面テープを用いてこの順に互いに貼着すると共に、この貼着物に2つのいわゆるテープファスナーを取り付けることにより、吸収性物品(つまり、紙オムツ)を得た。この吸収性物品の重量は46gであった。

【0103】上記の吸収性物品を、いわゆるキューピー人形(体長55cm、重量5kg)に装着し、該人形をうつ伏せ状態にした後、吸収性物品と人形との間にチューブを差込み、人体において排尿を行う位置に相当する位置に、1回当たり50mlの生理食塩水を、20分間隔で順次注入した。そして、注入した生理食塩水が吸収性物品に吸収されなくなって漏れ出した時点で、上記の注入動作を終了し、このときまでに注入した生理食塩水の量を測定した。

【0104】そして、上記の測定を4回繰り返した後、 50 1

得られた測定値の平均を求め、この値を吸収量とした。 その結果、該吸収量は 250gであった。

【0105】 [比較例18] 実施例10において、実施例1で得られた吸水性樹脂に代えて、比較例1で得られた比較用吸水性樹脂を用いた以外は、実施例10と同様にして比較用吸収性物品を得た。この比較用吸収性物品の重量は46gであった。

【0106】上記の比較用吸収性物品を用いて、実施例 10と同様の測定を4回繰り返した後、得られた測定値 0の平均を求め、この値を吸収量とした。その結果、該吸 収量は225gであった。

【0107】表1・表2に記載された結果から明らかなように、本発明の吸水性樹脂および吸収体は、拡散吸収倍率が高く、しかも、非常に高い液拡散性を備えている。つまり、本発明の吸水性樹脂および吸収体の吸水特性と、比較用の吸水性樹脂および吸収体の吸水特性との差は、特に、吸収体における樹脂濃度が高くなるにつれて大きくなっていることがわかる。また、実施例10および比較例18に記載された結果から明らかなように、20 本発明の吸収性物品は、比較用吸収性物品よりも、非常に高い吸収量(吸水量)を保持する等の優れた性能(吸

#### [0108]

水特性)を示すことがわかる。

【発明の効果】上記の吸水性樹脂は、非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能(吸水特性)を示すことができる。また、上記の吸収体は、吸水性樹脂の使用量が多い場合や、吸収体における樹脂濃度が高い場合においても、非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能を示すことができるという効果を奏する。上記の吸収体は、例えば、高機能化かつ薄型化が望まれている紙オムツや生理用ナプキン、いわゆる失禁パット等の衛生材料等の吸収性物品に特に好適に用いることができる。これにより、上述した優れた性能を示す吸収性物品を提供することができるという効果を奏する。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における吸水性樹脂が示す性能の一つである拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置の概略の断面図である。

40 【図2】上記測定装置の要部の断面図である。

【図3】上記測定装置において、生理食塩水の拡散方向を説明する説明図である。

【図4】本発明における吸収体が示す性能の一つである 拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置の概略の断面図で ある。

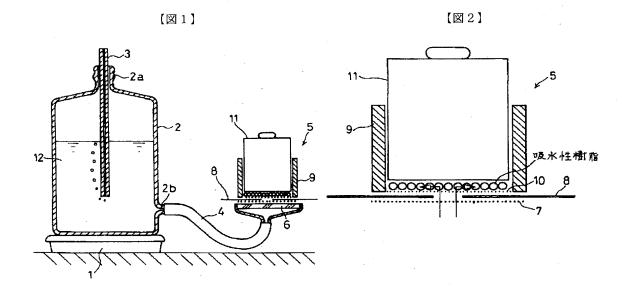
【図5】図4の測定装置の要部の断面図である。

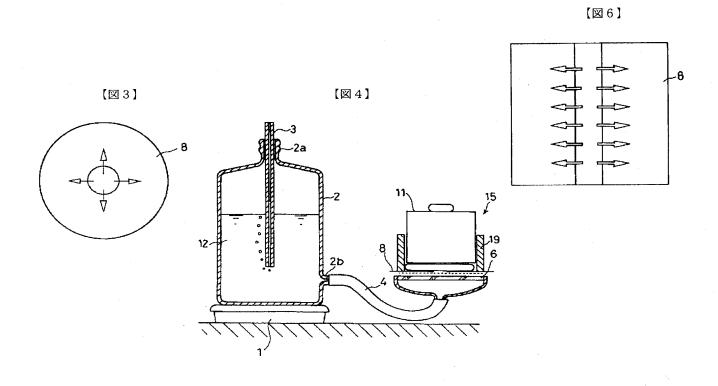
【図6】図4の測定装置において、生理食塩水の拡散方向を説明する説明図である。

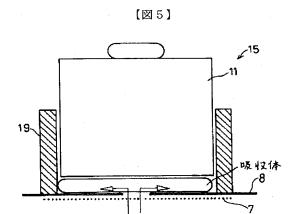
【符号の説明】

) 1 天秤

		23			
2	容器			9	支持円筒
3	外気吸入パイプ			1 0	金網
4	導管			1 1	重り
5	測定部			1 2	生理食塩水
6	ガラスフィルタ			1 5	測定部
7	濾紙			19	支持角筒







フロントページの続き

(51) Int. Cl. b 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所

B 0 1 J 20/24 B

20/28 Z

(72)発明者 増田 善彦

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒高分子研究所内